

ОСОБЕННОСТИ ВЛИЯНИЯ ФЕМТОСЕКУНДНОГО ЛАЗЕРНОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ ПОВЕРХНОСТИ И ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ

Ю.Р. Колобов^{1, 2)}, Е.В. Голосов^{1, 2)}, Т.Н. Вершинина¹⁾, М.В. Жидков¹⁾, А.А. Ионин³⁾,
С.И. Кудряшов³⁾, С.В. Макаров³⁾, Л.В. Селезнев³⁾, Д.В. Сеницын³⁾, А.Е. Лигачев⁴⁾

¹⁾Белгородский государственный национальный исследовательский университет,
Научно-образовательный и инновационный центр

«Наноструктурные материалы и нанотехнологии», Белгород, Россия

²⁾Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка, Россия

³⁾Физический институт им. П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия

⁴⁾Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва, Россия

Исследовано влияние фемтосекундного лазерного облучения ИК-лазера на топографию поверхности, фазовый состав и характер внутренних (остаточных) напряжений в приповерхностных слоях α - и $\alpha+\beta$ титановых сплавов В1-0, ВТ6 и ВТ16. В результате облучения на поверхности титановых сплавов формируется пространственная периодическая структура, представляющей собой достаточно равномерное чередование выступов (порогов) и впадин со средней периодичностью порядка 500 нм. По данным просвечивающей электронной микроскопии фемтосекундное лазерное облучение приводит к формированию в приповерхностных слоях нанокристаллической структуры. С использованием рентгеноструктурного анализа обнаружено резкое увеличение объемной доли β -фазы в приповерхностных слоях $\alpha+\beta$ титановых сплавов до глубины ~ 0.2 мкм и незначительное на глубине 1-2 мкм. На основании данных об уменьшении параметра кристаллической решетки в приповерхностных слоях сделано заключение о наличии в них остаточных сжимающих напряжений.

Введение

Высокоэнергетические бесконтактные методы воздействия на поверхность материалов, позволяющие изменять механические, электрофизические и физико-химические свойства поверхности и приповерхностных слоев представляют значительный интерес в современной науке и технике. Одним из таких методов, вызывающий интерес в последние годы, является фемтосекундное лазерное облучение (ФЛО) [1-4]. Такое воздействие с формированием пространственно-периодических структур, период которых сопоставим с длиной волны света, позволяет придавать особые свойства поверхности: возможность управления отражением, а также поглощением света почти до 100 процентов с одновременным расширением спектра поглощения, супергидрофобность или супергидрофильность, биоактивность. Преимуществом фемтосекундных лазерных импульсов является малая – суб- и около-микронная – глубина зоны теплового воздействия. Это позволяет осуществлять селективную модификацию отдельных обрабатываемых участков поверхности с их быстрым нагревом до температуры плавления и охлаждением с высокой скоростью. В результате такой обработки возможно инициирование структурно-фазовых превращений и появление внутренних (остаточных) напряжений в материале.

В настоящей работе представлены экспериментальные результаты по исследованию топографии поверхности, фазового состава и внутренних (остаточных) напряжений в приповерхностных слоях после взаимодействия лазерного излучения фемтосекундной длительности с поверхностью α и $\alpha+\beta$ титановых сплавов ВТ1-0, ВТ6 и ВТ16.

Основная часть

В результате фемтосекундной лазерной обработки (ИК-лазер, $\lambda=744$ нм, $\tau \approx 120$ фс, $E \leq 8$ мДж) при выбранных условиях облучения на поверхности исследуемых титановых сплавов ВТ6 и ВТ16 формируется пространственная периодическая структура, представляющая собой достаточно равномерное чередование выступов (порогов) и впадин. Ширина порогов колеблется в диапазоне от 200 до 400 нм, средняя периодичность составляет порядка 500 нм. На порогах наблюдаются наноразмерные фрагменты в виде капель сферической формы, вероятно, являющихся продуктами абляционных процессов.

Полученные с использованием просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) экспериментальные данные показали, что фемтосекундное лазерное облучение оказывает значительное влияние на структурно-фазовое состояние приповерхностных слоев наноструктурированного титана. Из представленного на рис. 1 изображения микроструктуры видно, что в приповерхностном слое титана марки ВТ1-0 происходит формирование нанокристаллической структуры (НК) с размером элементов структуры (зерен) примерно от 20 до 50 нм. Толщина нанокристаллического слоя титана, которая, по видимому, соответствует глубине воздействия фемтосекундного лазерного облучения, составляет примерно 100-150 нм. Также по данным просвечивающей электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа выявлено наличие тонкого поверхностного слоя диоксида титана.

Из представленного на рис. 2 изображения микроструктуры видно, что в приповерхностном слое титанового сплава ВТ6 в результате фемтосекундного лазерного облучения происходит формирование нанокристаллической структуры с размером элементов структуры (зерен) 80 ± 9 нм.

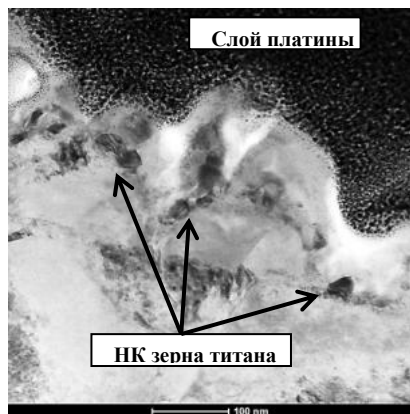


Рис. 1. Микроструктура (ПЭМ) модифицированного ФЛО приповерхностного слоя технически чистого титана марки BT1-0.

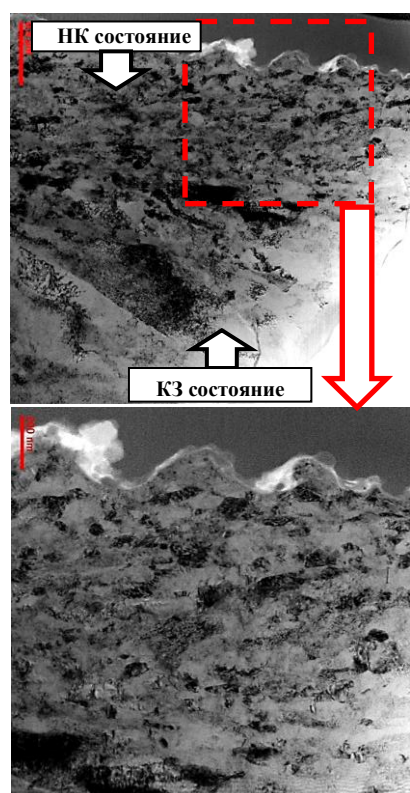


Рис. 2. Микроструктура (ПЭМ) модифицированного ФЛО приповерхностного слоя титанового сплава BT6.

Глубина модифицированного слоя, в котором наблюдается формирование НК структуры в сплаве BT6 составляет примерно 1 мкм.

Рентгеноструктурный анализ приповерхностного объема исследуемых α/β титановых сплавов BT6 и BT16 после фемтосекундного лазерного облучения позволил выявить его значительное влияние на фазовый состав и характер внутренних (остаточных) напряжений. Установлено, что ФЛО приводит к резкому (примерно на 10%) уве-

личению объемной доли β -фазы, имеющей ОЦК решетку, в приповерхностных слоях исследуемых сплавов. Из анализа зависимостей величины искажения кристаллической решетки $\Delta a/a$ от расстояния от поверхности для ОЦК и ГПУ фаз выявлено уменьшение параметра кристаллической решетки в приповерхностных слоях, свидетельствующее о наличии сжимающих напряжений, максимальные значения которых соответствуют приповерхностному слою на глубине примерно 0,2 мкм.

Закключение

С использованием просвечивающей электронной микроскопии показано, что фемтосекундное лазерное облучение поверхности технически чистого титана марки BT1-0 и титановых сплавов BT6 и BT16 приводит к существенному изменению структурно-фазового состояния приповерхностных слоев: на глубине примерно до 1 мкм происходит формирование нанокристаллической структуры.

По данным рентгеноструктурного анализа в приповерхностных слоях сплавов BT6 и BT16 на глубине $\sim 0,2$ мкм наблюдается увеличение объемной доли кубической β -фазы титана примерно на 10%.

Выявлено наличие остаточных упругих искажений кристаллической решетки в приповерхностных слоях сплавов BT6 и BT16.

Список литературы

1. Golosov E. V., Emel'yanov V. I., Ionin A. A., Kolobov Y. R., Kudryashov S. I., Ligachev A. E., Novoselov Y. N., Seleznev L. V., Sinitsyn D. V. Femtosecond laser writing of subwave one-dimensional quasiperiodic nanostructures on a titanium surface. // JETP Letters. 2009. V. 90. № 2. P. 107-110.
2. Заботнов С.В., Головань Л.А., Остапенко И.А. и др. Фемтосекундное наноструктурирование кремниевых поверхностей // Письма в ЖЭТФ. 2006. Т. 83. Вып.2. С. 76-79.
3. Wagner R., Gottmann J., Horn A. et al. Subwavelength ripple formation induced by tightly focused femtosecond laser radiation // Applied Surface Science. 2006. V. 252. I. 34. P. 8576-8579.
4. Голосов Е.В., Ионин А.А., Колобов Ю.Р., Кудряшов С.И., Лигачев А.Е., Новоселов Ю.Н., Селезнев Л.В., Синицын Д.В. Сверхбыстрые изменения оптических свойств поверхности титана и фемтосекундная лазерная запись одномерных квазипериодических нанорешеток ее рельефа // ЖЭТФ. 2011. Т. 140. Вып. 1. С. 21-35.
5. Yongguang Huang, Shibing Liu, Wei Li, Yuanxing Liu, and Wei Yang. Two-dimensional periodic structure induced by single-beam femtosecond laser pulses irradiating titanium // Opt. Exp. 2009. V. 17. Issue 23. P. 20756-20761.
6. Vorobyev A.Y., Guo C. Femtosecond laser structuring of titanium implants // Applied Surface Science. 2007. № 253. P. 7272-7280.

FEATURES OF INFLUENCE OF INTENSE FEMTOSECOND LASER PULSES ON STRUCTURAL-PHASE STATE SURFACE LAYERS OF TITANIUM ALLOYS

Yury Kolobov^{1,2}, Evgeny Golosov^{1,2}, Tatiyana Vershinina¹, Mikhail Zhidkov¹, Andrey Ionin³, Sergey Kudryashov³, Sergey Makarov³, Leonid Seleznev³, Dmitry Sinitsyn³, Aleksandr Ligachev⁴

¹⁾Belgorod State National Research University,

REC Nanostructured Materials and Nanotechnologies, Belgorod, Russia

²⁾The Institute of Problems of Chemical Physics RAS, Chernogolovka, Russia³⁾P.N. Lebedev Physical Institute RAS, Moscow, Russia⁴⁾A.M. Prokhorov General Physics Institute RAS, Moscow, Russia

Femtosecond (fs) laser multi-scale texturing of materials surfaces, broadly varying their optical, electrical and other physico-chemical properties is attracting rapidly increasing interest as an advanced prototyping method in contemporary material research. In this study, diverse titanium materials VT1-0 (commercial pure titanium), VT6 (Ti-6Al-4V) and VT16 (Ti-3Al-4.5V-5Mo), characterized by different initial phase composition ratio $\alpha(\text{hcp})/\beta(\text{bcc})$, were investigated regarding correlations between surface topography, and phase/chemical composition, as well as related residual internal stresses, upon their multi-shot femtosecond laser nanotexturing under the same laser irradiation conditions.

The fs-laser textured titanium surfaces demonstrate one-dimensional periodic surface structures - nanogratings, represented by rather regular sequences of trenches and ridges arranged perpendicular to the laser polarization. According to their SEM inspection, typical ridge width and height equals to 0.3 and 0.15 microns, respectively, at the characteristic grating period of 0.5 microns. TEM characterization of thin foils prepared from the titanium alloy VT1-0 and VT6, which was fs-laser textured in the strong-ablation regime, reveals 1- μm thick nano-grained subsurface layer with grain dimensions of 50-80 nm. Ultrafast cooling of the surface layer via heat conduction yields in its nanocrystalline structure, while the underlying, deeper layers preserve the microcrystalline structure of the initial materials.

X-ray diffraction analysis of the textured surface layers demonstrates a drastic (by 10% or more) increase of the β -Ti phase content. In the case of VT6 alloy, the initial β -Ti content ($\approx 3\%$) upon the laser texturing increases till $\approx 16\%$ in the 0.2-micron thick surface layer, also in qualitative agreement with the 1-micron laser-modified depth. The same trend is observed for VT16 alloy. At higher depths (1-2 microns into bulk) such increase becomes less pronounced, tending to the native β -Ti phase content. Similarly, for the VT16 alloy, the initial β -Ti content increases from $\approx 45\%$ to 53% in the laser-textured layer, but remains almost unchanged in the bulk material. Simultaneously, maximal multi-MPa compressive stresses were observed in the layers both in the α -Ti and β -Ti phases at the same 0.2-micron depth.

ИОННО-АССИСТИРУЕМОЕ ОСАЖДЕНИЕ МЕТАЛЛСОДЕРЖАЩИХ ПОКРЫТИЙ НА БЕРИЛЛИЙ

И.С. Ташлыков¹⁾, В.В. Тульев²⁾¹⁾Белорусский государственный педагогический университет им. М.Танка,
ул. Советская, 18, Минск, 220050, Беларусь, tashl@bspu.unibel.by.²⁾Белорусский государственный технологический университет,
ул. Свердлова, 13а, Минск, 220006, Беларусь, tvv69@mail.ru

Исследованы методом резерфордского обратного рассеяния ионов гелия в сочетании с компьютерным моделированием композиционный состав и распределения элементов по глубине в Me/Be-структурах, полученных ионно-ассистируемым осаждением металлсодержащих (Me = Cr, Ti, Cu, W) покрытий. Исследования показали, что на бериллии формируется поверхностная структура толщиной ~ 50 -60 нм. В состав покрытия входят атомы осажденного металла (0,5-3,3 ат.%), атомы технологических примесей С (0,8-1,8 ат.%) и О (6,3-9,9 ат.%), атомы Be из подложки. Установлено что содержание кислорода в покрытии возрастает по сравнению с исходным образцом и достигает наибольшего значения при осаждении покрытия на основе Cr и Ti. А содержание углерода в покрытии уменьшается, и достигает своего наименьшего значения при осаждении покрытия на основе W.

Введение

В данном разделе обсуждаются экспериментальные результаты количественного послойного элементного анализа структур покрытие/бериллий, сформированных методом ионно-ассистируемого осаждения. Методом ионно-ассистируемого осаждения можно получить покрытия со сложным композиционным составом, меняющимся по глубине [1, 2]. В состав таких покрытий входят не только атомы осаждаемого металла, но и атомы технологических примесей кислорода и углерода, а также атомы элементов, ассистирующих нанесение покрытий на подложки [2-4]. Для реализации этого метода использовался ионный источник, создающий плазму вакуумного электродугового разряда, в которой одновременно генерируются положительные ионы и нейтральная фракция из материала электродов [4]. Нейтральная фракция требуемого материала, испаряясь во всех направлениях, осаждается и на подложке. Под действием разности потенциалов между подложкой и источником ионизированная фракция вытягивается из разрядного проме-

жутка и, в соответствии с направлением напряженности электростатического поля, внедряется в поверхность подложки одновременно с осаждением на нее покрытия. Так происходит перемещение атомов подложки с атомами осаждаемого покрытия, в результате чего формируется покрытие с высокой степенью адгезии к основе.

В процессе ионно-ассистируемого осаждения покрытия в поверхностных слоях подложки происходят сложные физико-химические процессы способные существенно изменить распределение элементов по глубине, структуру и свойства поверхности материала [4]. Изучение физико-химических процессов, протекающих на поверхности образцов, модифицированной осаждением металлсодержащих покрытий в условиях ионного ассистирования, вызвано необходимостью определения условий для получения покрытий с заданными свойствами.

Методика эксперимента

Ионно-ассистируемое осаждение покрытий осуществлялось при ускоряющем напряжении 20 кВ.